

## HONEYCOMB FILTER FOR EXHAUST GAS CLEANING

Publication number: JP2004188278

Publication date: 2004-07-08

Inventor: KUDO ATSUSHI

Applicant: IBIDEN CO LTD

Classification:

- International: **F01N3/02; B01D39/20; B01D46/00; C04B38/00;**  
**B01D46/00; F01N3/02; B01D39/20; B01D46/00;**  
**C04B38/00; B01D46/00; (IPC1-7): B01D46/00;**  
**B01D39/20; C04B38/00; F01N3/02**

- European:

Application number: JP20020357297 20021209

Priority number(s): JP20020357297 20021209

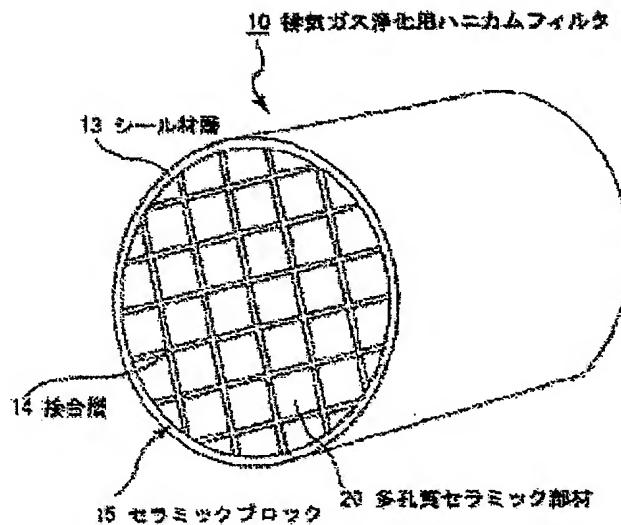
[Report a data error here](#)

### Abstract of JP2004188278

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a honeycomb filter for exhaust gas cleaning which has a high porosity and has strength and durability high enough to resist failure even when a thermal stress, a bending stress, or vibrations are exerted on its bonding layer.

**SOLUTION:** The honeycomb filter has a structure in which a plurality of polygonal porous ceramic members through each of which many through-holes are longitudinally juxtaposed and separated with partitions are bound, and the partitions which separate the through-holes function as a particle collection filter, wherein the percentage of the Young's modulus of the porous ceramic members to the Young's modulus of the bonding layer (the Young's modulus of the bonding layer/the Young's modulus of the porous ceramic members) is above 20%, and the porosity of the porous ceramic members is 20 to 80%.

**COPYRIGHT:** (C)2004,JPO&NCIPI



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-188278  
 (43)Date of publication of application : 08.07.2004

(51)Int.Cl. B01D 39/20  
 C04B 38/00  
 F01N 3/02  
 // B01D 46/00

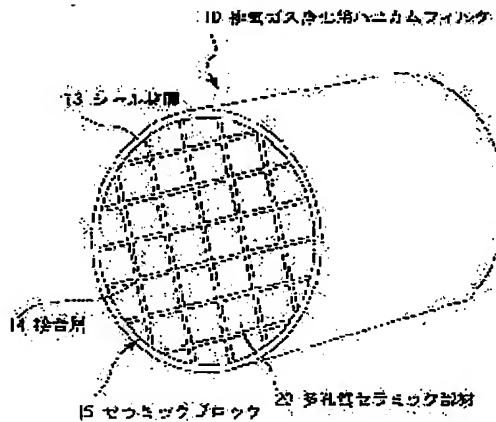
(21)Application number : 2002-357297 (71)Applicant : IBIDEN CO LTD  
 (22)Date of filing : 09.12.2002 (72)Inventor : KUDO ATSUSHI

## (54) HONEYCOMB FILTER FOR EXHAUST GAS CLEANING

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a honeycomb filter for exhaust gas cleaning which has a high porosity and has strength and durability high enough to resist failure even when a thermal stress, a bending stress, or vibrations are exerted on its bonding layer.

SOLUTION: The honeycomb filter has a structure in which a plurality of polygonal porous ceramic members through each of which many through-holes are longitudinally juxtaposed and separated with partitions are bound, and the partitions which separate the through-holes function as a particle collection filter, wherein the percentage of the Young's modulus of the porous ceramic members to the Young's modulus of the bonding layer (the Young's modulus of the bonding layer/the Young's modulus of the porous ceramic members) is above 20%, and the porosity of the porous ceramic members is 20 to 80%.



**\* NOTICES \***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1]

It is the honeycomb filter for exhaust gas purification constituted so that a septum which two or more porosity ceramic members of square pillar shape which many breakthroughs separated a septum and was installed in a longitudinal direction side by side band together via a joining layer, and separates said breakthrough might function as a particulate collection filter, percentage (Young's modulus of the Young's modulus / porosity ceramic member of a joining layer) of a ratio of Young's modulus of said joining layer to Young's modulus of said porosity ceramic member exceeds 20% — and

A honeycomb filter for exhaust gas purification, wherein porosity of said porosity ceramic member is 20 to 80%.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

JPO and INPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

**[Detailed Description of the Invention]****[0001]****[Field of the Invention]**

This invention relates to the honeycomb filter for exhaust gas purification used as a filter from which the particulate in the exhaust gas discharged from internal-combustion engines, such as a diesel power plant, etc. are removed.

**[0002]****[Description of the Prior Art]**

It poses a problem these days that the particulate contained in the exhaust gas discharged from internal-combustion engines, such as vehicles, such as a bus and a truck, and construction machinery, does damage to environment or a human body.

Porosity ceramics are passed for this exhaust gas, the particulate in exhaust gas is caught, and the ceramics filter which can purify exhaust gas is proposed variously.

**[0003]**

Such a ceramics filter usually like the honeycomb filter 10 shown in drawing 1, Two or more porosity ceramic members 20 which consist of silicon carbide etc. band together via the joining layer 14, and constitute the ceramic block 15, and the sealant layer 13 is formed in the circumference of this ceramic block 15. As this porosity ceramic member 20 was shown in drawing 2, many breakthroughs 21 are installed in a longitudinal direction side by side, and the septum 23 which separates breakthrough 21 comrades functions as a filter.

**[0004]**

Namely, the breakthrough 21 formed in the porosity ceramic member 20, As shown in drawing 2 (b), the exhaust gas with which either of the ends of the entrance side of exhaust gas or an outlet side flowed into \*\*\*\*\* and the breakthrough 21 of 1 with the filler 22 flows out of other breakthroughs 21, after passing the septum 23 which certainly separates the breakthrough 21.

When the honeycomb filter 10 is installed in the flueway of an internal-combustion engine, the sealant layer 13 is formed in order to prevent exhaust gas from beginning to leak from the peripheral part of the ceramic block 15.

**[0005]**

The honeycomb filter 10 of such composition is installed in the flueway of an internal-combustion engine, when the particulate in the exhaust gas discharged from the internal-combustion engine passes this honeycomb filter 10, it is caught by the septum 23, and exhaust gas is purified.

Such a honeycomb filter 10 is extremely excellent in heat resistance, and since regeneration etc. are easy, it is used for various large sized vehicles, diesel-power-plant loading vehicles, etc.

**[0006]**

As such a honeycomb filter, to the patent documents 1, for example Two or more honeycomb segments, It consists of a joining layer which joins between these honeycomb segments, and the Young's modulus of the above-mentioned joining layer construction material is 20% or less of the Young's modulus of the above-mentioned honeycomb segment construction material, or the

honeycomb structured body whose material strength of the above-mentioned joining layer is smaller than the above-mentioned honeycomb segment material strength is indicated.  
[0007]

According to the above-mentioned gazette, Young's modulus is lower than the material of a honeycomb segment into the material of a joining layer (.). Or since generating of the heat stress at the time of use is small and a crack does not occur by using the adhesives whose material strength is smaller than the material strength of a honeycomb segment, It has endurance, and is hard to produce a temperature gradient with a center section and a peripheral part, and a honeycomb structured body with small pressure loss of a fluid, and small time required for the temperature up at the time of regeneration and energy can be provided.

[0008]

[Patent documents 1]

JP,2001-190916,A

[0009]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]

By the way, when using a honeycomb filter which was mentioned above as catalyst support, in order to support a catalyst so much, it is necessary to make the porosity of a porosity ceramic member high. However, according to this invention persons' research, when the porosity of the above-mentioned porosity ceramic member was made high, the Young's modulus fell, and it became clear vibration and that it will be easily destroyed if it bends (tension) and stress is added to a porosity ceramic member.

[0010]

However, the Young's modulus of the joining layer construction material which joins these of the honeycomb structured body given in the above-mentioned gazette was lower than the Young's modulus of honeycomb segment (porosity ceramic member) construction material. That is, the Young's modulus of the joining layer was lower than the Young's modulus of the honeycomb segment.

Therefore, when the Young's modulus falls with a raise in the porosity of a honeycomb segment, the Young's modulus of the joining layer which joins the honeycomb segment concerned becomes that which fell further rather than the Young's modulus of the honeycomb segment above-formed into quantity porosity. In order to reduce the Young's modulus of a joining layer, high porosity-ization of a joining layer is the most effective means. However, when a joining layer is made to form into high porosity, intensity falls, and since the heat stress produced in a joining layer will break easily, it is inferior to intensity and endurance. Therefore, the porosity of the honeycomb structured body was not able to be made not much high.

[0011]

The purpose of this invention is as follows.

It was made in order to solve these problems, and have high porosity.

It is not destroyed even if heat stress, bending stress, or vibration is added to a joining layer, and provide the honeycomb filter for exhaust gas purification which is excellent in intensity and endurance.

[0012]

[Means for Solving the Problem]

A honeycomb filter for exhaust gas purification of this invention, It is the honeycomb filter for exhaust gas purification constituted so that a septum which two or more porosity ceramic members of square pillar shape which many breakthroughs separated a septum and was installed in a longitudinal direction side by side band together via a joining layer, and separates the above-mentioned breakthrough might function as a particulate collection filter, percentage (Young's modulus of the Young's modulus / porosity ceramic member of a joining layer) of a ratio of Young's modulus of the above-mentioned joining layer to Young's modulus of the above-mentioned porosity ceramic member exceeds 20% -- and It is characterized by porosity of the above-mentioned porosity ceramic member being 20 to 80%.

Hereafter, a honeycomb filter for exhaust gas purification of this invention is explained.

[0013]

[Embodyment of the Invention]

This invention is the honeycomb filter for exhaust gas purification constituted so that the septum which two or more porosity ceramic members of the square pillar shape which many breakthroughs separated the septum and was installed in the longitudinal direction side by side band together via a joining layer, and separates the above-mentioned breakthrough might function as a particulate collection filter,

the percentage (Young's modulus of the Young's modulus / porosity ceramic member of a joining layer) of the ratio of the Young's modulus of the above-mentioned joining layer to the Young's modulus of the above-mentioned porosity ceramic member exceeds 20% --- and

The porosity of the above-mentioned porosity ceramic member is a honeycomb filter for exhaust gas purification being 20 to 80%.

[0014]

As shape of the honeycomb filter for exhaust gas purification of this invention (only henceforth the honeycomb filter of this invention), For example, the thing of the approximately said appearance can be mentioned as the honeycomb filter 10 shown in drawing 1, two or more porosity ceramic members band together via a joining layer, and constitute a ceramic block, and the sealant layer is formed in the circumference of this ceramic block. Many breakthroughs are installed in a longitudinal direction side by side, and, as for this porosity ceramic member, the septum which separates breakthroughs functions as a filter.

[0015]

That is, the exhaust gas with which, as for the breakthrough formed in the above-mentioned porosity ceramic member, either of the ends of the entrance side of exhaust gas or an outlet side flowed into \*\*\*\*\* and the breakthrough of 1 with the filler flows out of other breakthroughs, after passing the septum which certainly separates the above-mentioned breakthrough.

When the honeycomb filter of this invention is installed in the flueway of an internal-combustion engine, the above-mentioned sealant layer is provided in order to prevent exhaust gas from beginning to leak from the peripheral part of the above-mentioned ceramic block.

However, the thing limited cylindrical as shown in drawing 1 does not have the shape of the honeycomb filter of this invention, for example, it can mention the thing of arbitrary shape, such as an elliptic cylindrical shape and a prismatic form.

[0016]

Via the joining layer, two or more porosity ceramic members band together, and the honeycomb filter of this invention is constituted, The minimum of the percentage (Young's modulus of the Young's modulus / porosity ceramic member of a joining layer) of the ratio of the Young's modulus of the above-mentioned joining layer to the Young's modulus of the above-mentioned porosity ceramic member exceeds 20%. Since the Young's modulus of the above-mentioned joining layer [ as opposed to / that the percentage of the ratio of the Young's modulus of the above-mentioned joining layer to the Young's modulus of the above-mentioned porosity ceramic member is 20% or less / the Young's modulus of the above-mentioned porosity ceramic member ] is small, When there is not sufficient intensity for a ceramic member, if a honeycomb filter should be excelled in intensity and endurance and the bending (tension) stress by heat is added to the above-mentioned joining layer, it will be destroyed easily.

[0017]

As for the maximum of the percentage of the ratio of the Young's modulus of the above-mentioned joining layer to the Young's modulus of the above-mentioned porosity ceramic member, it is desirable that it is 440%. Since it is necessary to make the porosity of a porosity ceramic member very high in order for the Young's modulus of a porosity ceramic member to become low too much and to consider it as the porosity ceramic member of such low Young's modulus if it exceeds 440%, it becomes impossible to secure practical intensity. Supposing it does not make Young's modulus of a porosity ceramic member low, it is necessary to make Young's modulus of a joining layer very high but, and if Young's modulus of a joining layer is made

very high, the function as a joining layer will be lost.

The minimum of the percentage of the ratio of the Young's modulus of the above-mentioned joining layer to the Young's modulus of the above-mentioned porosity ceramic member is 100%, and it is more desirable for a maximum to be 300%.

The Young's modulus of the above-mentioned porosity ceramic member and a joining layer can be measured by conventionally publicly known methods of having used the three-point bending test (JIS R 0601) and the ultrasonic wave, such as a method.

[0018]

It is not limited especially as a material of the above-mentioned porosity ceramic member. For example, nitride ceramics, such as aluminum nitride, silicon nitride, boron nitride, and titanium nitride, Oxide ceramics, such as carbide ceramics, such as silicon carbide, zirconium carbide, titanium carbide, tantalum carbide, and tungsten carbide, alumina, zirconia, Caux Jura Ito, and mullite, etc. can be mentioned.

[0019]

The porosity of the above-mentioned porosity ceramic member is 20 to 80%. When a honeycomb filter causes blinding immediately as porosity is less than 20%, and porosity exceeds 80% on the other hand, collection efficiency, such as a particulate, falls and it is inferior to intensity and endurance.

The above-mentioned porosity can be measured by conventionally publicly known methods, such as measurement by the method of mercury penetration, the Archimedes method, and a scanning electron microscope (SEM), for example.

[0020]

Thus, as for the porosity ceramic member which constitutes the honeycomb filter of this invention, 20% and the maximum of the minimum of the porosity are 80%, and, as for the honeycomb filter of this invention, it has high porosity.

Since the Young's modulus will fall if the porosity of a porosity ceramic member is made high as mentioned above, if vibration and bending (tension) stress are added, it will be destroyed easily. However, in the honeycomb filter of this invention, it has the relation which the Young's modulus of the joining layer which joins two or more porosity ceramic members, and the Young's modulus of the porosity ceramic member mentioned above, and the above-mentioned joining layer has big Young's modulus (namely, big intensity). Therefore, in the honeycomb filter of this invention, the above-mentioned joining layer can secure the intensity of a honeycomb filter, the porosity of a porosity ceramic member can be made high, and the honeycomb filter can be made into high porosity.

It is desirable for the minimum of the porosity of the above-mentioned porosity ceramic member to be 40%, and for a maximum to be 80%.

[0021]

As for the average pore diameter of the above-mentioned porosity ceramic member, it is desirable that it is 5-100 micrometers. When an average pore diameter is less than 5 micrometers, a particulate may cause blinding easily. On the other hand, if an average pore diameter exceeds 100 micrometers, a particulate may be unable to pass through a stoma, this particulate cannot be caught, and it may be unable to function as a filter.

[0022]

Although not limited especially as particle diameter of the ceramics used when manufacturing such a porosity ceramic member, What combined powder 100 weight section which has the mean particle diameter which what has few contraction is desirable, for example, is about 0.3-50 micrometers, and five to powder 65 weight section which has the mean particle diameter of about 0.1-1.0 micrometer at the next baking process is desirable. It is because a porosity ceramic member can be manufactured by mixing the ceramic powder end of the above-mentioned particle diameter by the above-mentioned combination.

[0023]

What is not limited especially as a material which constitutes the above-mentioned joining layer, for example, consists of an inorganic binder, an organic binder, an inorganic fiber, and an inorganic particle can be mentioned.

## [0024]

as the above-mentioned inorganic binder — silica — sol, alumina sol, etc. can be mentioned. These may be used independently and may use two or more sorts together. the inside of the above-mentioned inorganic binder — silica — sol is desirable.

## [0025]

As the above-mentioned organic binder, polyvinyl alcohol, methyl cellulose, ethyl cellulose, carboxymethyl cellulose, etc. can be mentioned, for example. These may be used independently and may use two or more sorts together. In the above-mentioned organic binder, carboxymethyl cellulose is desirable.

## [0026]

As the above-mentioned inorganic fiber, ceramic fiber, such as silica alumina, mullite, alumina, and silica, etc. can be mentioned, for example. These may be used independently and may use two or more sorts together. In the above-mentioned inorganic fiber, a silica alumina fiber is desirable.

## [0027]

As the above-mentioned inorganic particle, carbide, a nitride, etc. can be mentioned and, specifically, inorganic powder or a whisker etc. which consists of silicon carbide, silicon nitride, boron nitride, etc. can be mentioned, for example. These may be used independently and may use two or more sorts together. In the above-mentioned inorganic particle, the silicon carbide which is excellent in thermal conductivity is desirable.

## [0028]

In the above-mentioned joining layer, the balloon which is a minute hollow sphere which uses oxide stock ceramics as an ingredient may contain. Such a balloon can reduce the calorific capacity of a joining layer while being able to aim at improvement in the Young's modulus of a joining layer.

It is not limited especially as the above-mentioned balloon, for example, an alumina balloon, a glass micro balloon, a milt balloon, fly ash balloons (FA balloon), a mullite balloon, etc. can be mentioned. In these, fly ash balloons are desirable.

## [0029]

The rate of noise reduction of the honeycomb filter of this invention will be not less than 5%. In this specification, the sound pressure level of the exhaust sound emitted, for example when not installing a honeycomb filter in the flueway of internal-combustion engines, such as an engine, is made the above-mentioned rate of noise reduction with  $L_1$  (dB), If the sound pressure level of the exhaust sound emitted when a honeycomb filter is installed in the flueway of internal-combustion engines, such as an engine, is made into  $L_2$  (dB), the thing of L (%) given with the following expression (1) will be said.

## [0030]

$$L (\%) = (L_1 - L_2) / L_1 \times 100 \dots (1)$$

## [0031]

It is thought that it is based on the next reason that the rate of noise reduction of the honeycomb filter of this invention defined in this way will be not less than 5%.

The Young's modulus falls and it becomes that it is easy to be destroyed as are mentioned above, and the porosity of a porosity ceramic member becomes high, but [ therefore ] a sound (namely, vibration of air) is seldom reflected, but it is thought that it becomes easy to absorb. Although drawing 4 is a graph which shows the relation of the Young's modulus ratio and the rate of noise reduction in the honeycomb filter of this invention, The rate of noise reduction becomes large as were shown in drawing 4, and the rate of noise reduction will be not less than 5% and the above-mentioned Young's modulus ratio will become large, if the percentage (Young's modulus ratio) of the ratio of the Young's modulus of the joining layer to the Young's modulus of a porosity ceramic member exceeds 20%. Therefore, if the honeycomb filter of this invention has the outstanding sound deadening effect and the honeycomb filter of this invention is installed in the flueway of internal-combustion engines, such as an engine, it can make exhaust sound able to absorb suitably and can attain low noise-ization.

## [0032]

In the stoma of the honeycomb filter of this invention, the catalyst which consists of the precious metals, such as platinum, palladium, and rhodium, may be supported. By such a catalyst being supported, the honeycomb filter of this invention, The particulate in exhaust gas is caught, and while functioning as a filter which can regenerate according to a catalyst, it can function as a catalytic converter for purifying CO, HC, NOx, etc. which are contained in exhaust gas.

## [0033]

The honeycomb filter of this invention in which the catalyst which consists of the above-mentioned precious metals was supported functions conventionally as the same gas cleanup device as publicly known DPF with a catalyst (diesel particulate filter). Therefore, detailed explanation in case the honeycomb filter of this invention functions also as a catalytic converter is omitted here.

The porosity of the honeycomb filter of this invention can support the above-mentioned catalyst so much, without reducing the performance as a filter, since it can be made high compared with the porosity of the conventional honeycomb filter as mentioned above.

## [0034]

The percentage (Young's modulus of the Young's modulus / porosity ceramic member of a joining layer) of the ratio of the Young's modulus of a joining layer to the Young's modulus of the porosity ceramic member which constitutes the honeycomb filter of this invention exceeds 20%, and the porosity of the above-mentioned porosity ceramic member is 20 to 80% as mentioned above. That is, although the porosity of a porosity ceramic member becomes high and the Young's modulus is low, the Young's modulus of the joining layer which joins these is that in which intensity was highly excellent. Therefore, the above-mentioned joining layer can secure the intensity of the honeycomb filter of this invention, the honeycomb filter of this invention does not have vibration or that bend (tension) and stress breaks easily, and it becomes the thing excellent in intensity and endurance.

## [0035]

Since the porosity of a porosity ceramic member is high and the elasticity (Young's modulus) of the honeycomb filter of this invention is small, it has the outstanding sound deadening effect (the rate of noise reduction is not less than 5%). Therefore, if the honeycomb filter of this invention is installed in the flueway of internal-combustion engines, such as an engine, the exhaust sound made from an internal-combustion engine can be made to be able to absorb suitably, and low noise-ization can be attained.

## [0036]

Next, it explains, referring to drawing 1 and drawing 2 for an example of the manufacturing method of the honeycomb filter of this invention mentioned above.

## [0037]

In the manufacturing method of the honeycomb filter of this invention, the ceramic layered product used as the ceramic block 15 is produced first.

A ceramic layered product is the square pillar structure where two or more porosity ceramic members 20 of the square pillar shape which many breakthroughs 21 separated the septum 23 and was installed in the longitudinal direction side by side banded together via the joining layer 14.

## [0038]

In order to manufacture the porosity ceramic member 20, a binder and carrier fluid liquid are added first in the end of ceramic powder which was mentioned above, and a mixed composition is prepared.

## [0039]

It is not limited especially as the above-mentioned binder, for example, methyl cellulose, carboxymethyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, a polyethylene glycol, phenol resin, an epoxy resin, etc. can be mentioned.

As for the loadings of the above-mentioned binder, about 1-10 weight sections are usually desirable to 100 weight sections in the end of ceramic powder.

## [0040]

It is not limited especially as the above-mentioned carrier fluid liquid, for example, alcohol, such as organic solvent; methanol, such as benzene, water, etc. can be mentioned.

The above-mentioned carrier fluid liquid is blended in proper quantity so that the viscosity of a mixed composition may become in a fixed range.

[0041]

In the end of these ceramic powder, after being mixed by attritor etc., a binder and carrier fluid liquid are fully kneaded by a kneader etc., and produce the pillar-shaped generation form of a porosity ceramic member and the shape of approximately isomorphism shown in drawing 2 by an extrusion-molding method etc.

[0042]

To the above-mentioned mixed composition, an ostomy agent may be added if needed. It is because the porosity ceramic member of high porosity can be obtained.

It is not limited especially as the above-mentioned ostomy agent, for example, spherical acrylic particles, the balloon mentioned above, etc. can be mentioned.

[0043]

After drying the above-mentioned generation form using a microwave drying machine etc., obturation processing which fills up a predetermined breakthrough with obturation material is performed, and a drying process is again performed with a microwave drying machine etc. It is not limited especially as the above-mentioned obturation material, for example, the same thing as the above-mentioned mixed composition can be mentioned.

[0044]

Next, while degreasing the generation form which passed through the above-mentioned obturation processing by heating at about 300-650 \*\* under an oxygen containing atmosphere and vaporizing a binder etc., it is made to decompose and disappear and only the end of abbreviated ceramic powder is made to remain.

[0045]

And after performing the above-mentioned degreasing treatment, calcinate by heating at about 1800-2200 \*\* under the inert gas atmosphere of nitrogen, argon, etc., the end of ceramic powder is made to sinter, and the porosity ceramic member 20 is manufactured.

[0046]

Next, as shown in drawing 3, in order to produce this ceramic layered product, First, so that it can accumulate, after the porosity ceramic member 20 has inclined aslant, After laying the porosity ceramic member 20 in the state where it inclined, on the stand 30 constituted in the shape of section V type, The adhesive paste used as the joining layer 14 is applied to the two sides 20a and 20b in which it turned to the upper part, by uniform thickness, an adhesives layer is formed in them, the process of laminating other porosity ceramic members 20 one by one on this adhesives layer is repeated, and the prismatic ceramic layered product of a predetermined size is produced.

[0047]

And heat this ceramic layered product on 50-100 \*\* and the conditions of about 1 hour, and the above-mentioned adhesives layer is dried, It is made to solidify, and is considered as the joining layer 14, and the ceramic block 15 is produced by cutting so that it may become shape as the peripheral part showed to drawing 1 using after that, for example, a diamond cutter etc.

[0048]

The adhesive paste containing an inorganic binder, an organic binder, an inorganic fiber, and an inorganic particle which it was not limited especially as a material which constitutes the joining layer 14, for example, were mentioned above can be used.

Although a little moisture, solvents, etc. may be included in the above-mentioned adhesive paste, such moisture, a solvent, etc. usually almost disperse with heating after applying adhesive paste etc.

[0049]

It is solid content, as for the minimum of the content of the above-mentioned inorganic binder, 1 % of the weight is desirable, and its 5 % of the weight is still more desirable. On the other hand, it is solid content, as for the maximum of the content of the above-mentioned inorganic binder, 80

% of the weight is desirable, is more desirable, and is still more desirable. [ of 50 % of the weight ] [ of 70 % of the weight ] In less than 1 % of the weight, the fall of adhesive strength may be caused, and on the other hand, when the content of the above-mentioned inorganic binder exceeds 80 % of the weight, it may cause decline in thermal conductivity.

[0050]

The minimum of the content of the above-mentioned organic binder is solid content, and its 0.1 % of the weight is desirable. On the other hand, the maximum of the content of the above-mentioned organic binder is solid content, and is desirable. [ of 5.0 % of the weight ] It may become difficult for the content of the above-mentioned organic binder to control the migration of the joining layer 14 in less than 0.1 % of the weight, when it exceeded 5.0 % of the weight and the joining layer 14 is exposed to an elevated temperature on the other hand, an organic binder may be burned down and adhesive strength may fall.

[0051]

The minimum of the content of the above-mentioned inorganic fiber is solid content, and its 10 % of the weight is desirable. On the other hand, the maximum of the content of the above-mentioned inorganic fiber is solid content, and is desirable. [ of 70 % of the weight ] In less than 10 % of the weight, punching load falls, and on the other hand, if the content of the above-mentioned inorganic fiber exceeds 70 % of the weight, it will cause a thermally conductive fall.

[0052]

The minimum of the content of the above-mentioned inorganic particle is solid content, and its 3 % of the weight is desirable. On the other hand, the maximum of the content of the above-mentioned inorganic particle is solid content, and is desirable. [ of 80 % of the weight ] When the content of the above-mentioned inorganic particle may cause decline in thermal conductivity, and, on the other hand, exceeded 80 % of the weight in less than 3 % of the weight and the joining layer 14 is exposed to an elevated temperature, the fall of adhesive strength may be caused.

[0053]

As for the minimum of the shot content of the above-mentioned inorganic fiber, 1 % of the weight is desirable, and 10 % of the weight of a maximum is desirable. As for the fiber length's minimum, 1 micrometer is desirable, and 100 micrometers of a maximum are desirable.

[0054]

When a manufacture top is difficult for making shot content into less than 1 % of the weight and shot content exceeds 10 % of the weight, the wall surface of the porosity ceramic member 20 may be damaged. It is difficult for fiber length to form the honeycomb filter 10 which has elasticity in less than 1 micrometer, and while distribution of an inorganic particle will worsen since it becomes easy to take a gestalt like fluff if it exceeds 100 micrometers, thickness of the joining layer 14 cannot be made thin.

[0055]

As for the minimum of the particle diameter of the above-mentioned inorganic powder, 0.01 micrometer is desirable, and its 0.1 micrometer is more desirable. On the other hand, as for the maximum of the particle diameter of the above-mentioned inorganic particle, 100 micrometers is desirable, it is more desirable, and is still more desirable. [ of 10 micrometers ] [ of 15 micrometers ] In the particle diameter of an inorganic particle, in less than 0.01 micrometer, cost may become high, and on the other hand, when the particle diameter of an inorganic particle exceeds 100 micrometers, adhesive strength and a thermally conductive fall may be caused.

[0056]

In order to make it easy to make adhesive paste flexible, to give mobility into this adhesive paste, and to apply, Besides the above-mentioned inorganic fiber, an inorganic binder, an organic binder, and an inorganic particle, Solvents, such as about 35 to 65% of the weight of moisture of gross weight, other acetone, alcohol, etc. may be contained about, and the viscosity of this adhesive paste has desirable 15 – 25 Pa·s (10,000–20,000 cps (cP)).

[0057]

In the above-mentioned adhesive paste, balloons (minute hollow sphere), such as an alumina balloon, a glass micro balloon, a milt balloon, fly ash balloons (FA balloon), and a mullite balloon, may be contained, for example.

While being able to aim at improvement in the Young's modulus of a joining layer, it is because the calorific capacity of a joining layer can be reduced.

[0058]

Next, the sealant formation process which forms the layer of the sealant layer 13 in the circumference of the ceramic block 15 which was carried out in this way and produced is performed.

[0059]

The ceramic block 15 is first supported pivotally with that longitudinal direction, and it is made to rotate in this sealant formation process.

Although the revolving speed in particular of the ceramic block 15 is not limited, it is desirable that it is  $2 - 10\text{min}^{-1}$ .

[0060]

Then, a sealant paste is made to adhere to the peripheral part of the revolving ceramic block 15. It is not limited especially as the above-mentioned sealant paste, but the same thing as the adhesive paste mentioned above can be mentioned.

[0061]

Next, by drying the sealant paste layer which was carried out in this way and formed at the temperature of about 120 \*\*, Moisture is evaporated and it is considered as the sealant layer 13, and as shown in drawing 1, manufacture of the honeycomb filter 10 of this invention in which the sealant layer 13 was formed in the peripheral part of the ceramic block 15 is completed.

[0062]

[Example]

Although an example is hung up over below and this invention is explained to it in more detail, this invention is not limited only to these examples.

[0063]

Example 1

(1) as opposed to mixture 100 weight section obtained by carrying out the wet blending of 60 % of the weight of alpha type silicon carbide powder with a mean particle diameter of 5 micrometers, and 40 % of the weight of the beta type silicon carbide powder with a mean particle diameter of 0.5 micrometer — an organic binder (methyl cellulose) — five weight sections and water — ten weight sections — in addition, it kneaded and kneaded material was obtained. Next, extrusion molding was performed and the generation form was produced, after adding a small amount of plasticizers and lubricant to the above-mentioned kneaded material and kneading further.

Next, after drying the above-mentioned generation form using a microwave drying machine and filling up a predetermined breakthrough with the paste of the same presentation as the above-mentioned generation form, The size as shown in drawing 2 by degreasing at 400 \*\* and calcinating under the argon atmosphere of ordinary pressure in 2200 \*\* and 3 hours after making it dry using a dryer again by 33mmx33mmx300mm. The number of breakthroughs manufactured the porosity ceramic member which consists of 31-piece  $[\text{cm}]^2$  and a silicon carbide sintered compact whose thickness of a septum is 0.3 mm.

[0064]

(2) 19.6 % of the weight of 0.2 mm of fiber length's alumina fibers, 67.8 % of the weight of silicon carbide particles with a mean particle diameter of 0.6 micrometer, silica — the above-mentioned porosity ceramic member using the heat-resistant adhesive paste containing 10.1 % of the weight of sol, and 2.5 % of the weight of carboxymethyl cellulose, The diameter as shown in drawing 1 produced the ceramic block of cylindrical shape at 165 mm by banding a large number by the method explained using drawing 3, then cutting using a diamond cutter.

[0065]

Next, ceramic fiber which consists of alumina silicate as an inorganic fiber (shot content: 3%) Fiber length : As 0.1-100-mm 23.3 % of the weight and an inorganic particle, 30.2 % of the weight of silicon carbide powder with a mean particle diameter of 0.3 micrometer, as an inorganic binder — silica — 0.5 % of the weight of carboxymethyl cellulose and 39 % of the weight of water were

mixed and kneaded as 7 % of the weight of sol (content of  $\text{SiO}_2$  in sol: 30 % of the weight), and an organic binder, and the sealant paste was prepared.

[0066]

Next, the 1.0-mm-thick sealant paste layer was formed in the peripheral part of the above-mentioned ceramic block using the above-mentioned sealant paste. And this sealant paste layer was dried at 120 \*\*, and the honeycomb filter of cylindrical shape as shown in drawing 1 was manufactured.

[0067]

Example 2

(1) The porosity ceramic member was manufactured like (1) of an example.

(2) 13.7 % of the weight of 0.035 mm of fiber length's ceramic fiber, 30.9 % of the weight of silicon carbide particles with a mean particle diameter of 0.6 micrometer, 39.1 % of the weight of alumina balloons (mean particle diameter of 150 micrometers), silica — the above-mentioned porosity ceramic member using the heat-resistant adhesive paste containing 14.8 % of the weight of sol, and 1.5 % of the weight of carboxymethyl cellulose, The diameter as shown in drawing 1 produced the ceramic block of cylindrical shape at 165 mm by banding a large number by the method explained using drawing 3, then cutting using a diamond cutter.

[0068]

Example 3

(1) As opposed to mixture 100 weight section obtained by carrying out the wet blending of 70 % of the weight of alpha type silicon carbide powder with a mean particle diameter of 10 micrometers, and 30 % of the weight of the beta type silicon carbide powder with a mean particle diameter of 0.5 micrometer, an organic binder (methyl cellulose) — 13 weight sections and water — the globular form acrylic particles (mean particle diameter of 10 micrometers) as 20 weight sections and an ostomy agent — five weight sections — in addition, it kneaded and kneaded material was obtained. Next, extrusion molding was performed and the generation form was produced, after adding a small amount of plasticizers and lubricant to the above-mentioned kneaded material and kneading further.

Next, after drying the above-mentioned generation form using a microwave drying machine and filling up a predetermined breakthrough with the paste of the same presentation as the above-mentioned generation form, The size as shown in drawing 2 by degreasing at 400 \*\* and calcinating under the argon atmosphere of ordinary pressure in 2200 \*\* and 6 hours after making it dry using a dryer again by 33mmx33mmx300mm. The number of breakthroughs manufactured the porosity ceramic member which consists of 31-piece  $[\text{cm}]^2$  and a silicon carbide sintered compact whose thickness of a septum is 0.3 mm.

[0069]

(2) 54.2 % of the weight of 0.035 mm of fiber length's ceramic fiber, 35.2 % of the weight of silicon carbide particles with a mean particle diameter of 0.6 micrometer, and silica — the above-mentioned porosity ceramic member using the heat-resistant adhesive paste containing 8.1 % of the weight of sol, and 2.5 % of the weight of carboxymethyl cellulose, The diameter as shown in drawing 1 produced the ceramic block of cylindrical shape at 165 mm by banding a large number by the method explained using drawing 3, then cutting using a diamond cutter.

[0070]

Then, the 1.0-mm-thick sealant paste layer was formed in the peripheral part of the above-mentioned ceramic block like Example 1. And this sealant paste layer was dried at 120 \*\*, and the honeycomb filter of cylindrical shape as shown in drawing 1 was manufactured.

[0071]

Example 4

(1) The porosity ceramic member was manufactured like (1) of Example 3.

(2) The above-mentioned porosity ceramic member was joined like (2) of Example 1, the ceramic block was produced, the sealant layer was formed in the peripheral part of this ceramic block, and the honeycomb filter of cylindrical shape was manufactured.

[0072]

**Example 5**

(1) The porosity ceramic member was manufactured like (1) of Example 3.  
(2) The above-mentioned porosity ceramic member was joined like (2) of Example 2, the ceramic block was produced, the sealant layer was formed in the peripheral part of this ceramic block, and the honeycomb filter of cylindrical shape was manufactured.

[0073]

**Example 6**

(1) As opposed to mixture 100 weight section obtained by carrying out the wet blending of 80 % of the weight of alpha type silicon carbide powder with a mean particle diameter of 30 micrometers, and 20 % of the weight of the beta type silicon carbide powder with a mean particle diameter of 0.5 micrometer, an organic binder (methyl cellulose) — 30 weight sections and water — the globular form acrylic particles (mean particle diameter of 30 micrometers) as 35 weight sections and an ostomy agent — 30 weight sections — in addition, it kneaded and kneaded material was obtained. Next, extrusion molding was performed and the generation form was produced, after adding a small amount of plasticizers and lubricant to the above-mentioned kneaded material and kneading further.

Next, after drying the above-mentioned generation form using a microwave drying machine and filling up a predetermined breakthrough with the paste of the same presentation as the above-mentioned generation form, The size as shown in drawing 2 by degreasing at 400 \*\* and calcinating under the argon atmosphere of ordinary pressure in 2200 \*\* and 3 hours after making it dry using a dryer again by 33mmx33mmx300mm. The number of breakthroughs manufactured the porosity ceramic member which consists of 31-piece  $[\text{cm}]^2$  and a silicon carbide sintered compact whose thickness of a septum is 0.3 mm.

[0074]

(2) The above-mentioned porosity ceramic member was joined like (2) of Example 3, the ceramic block was produced, the sealant layer was formed in the peripheral part of this ceramic block, and the honeycomb filter of cylindrical shape was manufactured.

[0075]

**Example 7**

(1) The porosity ceramic member was manufactured like (1) of Example 6.  
(2) The above-mentioned porosity ceramic member was joined like (2) of Example 1, the ceramic block was produced, the sealant layer was formed in the peripheral part of this ceramic block, and the honeycomb filter of cylindrical shape was manufactured.

[0076]

**Example 8**

(1) The porosity ceramic member was first manufactured like (1) of Example 6.  
(2) Next, the above-mentioned porosity ceramic member was joined like (2) of Example 2, the ceramic block was produced, the sealant layer was formed in the peripheral part of this ceramic block, and the honeycomb filter of cylindrical shape was manufactured.

[0077]

**Comparative example 1**

(1) The porosity ceramic member was manufactured like (1) of Example 1.  
(2) The above-mentioned porosity ceramic member was joined like (2) of Example 3, the ceramic block was produced, the sealant layer was formed in the peripheral part of this ceramic block, and the honeycomb filter of cylindrical shape was manufactured.

[0078]

**Comparative example 2**

As opposed to mixture 100 weight section obtained by carrying out the wet blending of 70 % of the weight of alpha type silicon carbide powder with a mean particle diameter of 10 micrometers, and 30 % of the weight of the beta type silicon carbide powder with a mean particle diameter of 0.5 micrometer, an organic binder (methyl cellulose) — 40 weight sections and water — the globular form acrylic particles (mean particle diameter of 10 micrometers) as 36 weight sections and an ostomy agent — 50 weight sections — in addition, kneaded, and kneaded material was

obtained and also the honeycomb filter was manufactured like Example 1.

[0079]

Comparative example 3

as opposed to 30 % of the weight of beta type silicon-carbide-powder 100 weight sections with a mean particle diameter of 0.5 micrometer — an organic binder (methyl cellulose) — 3.6 weight sections and water — 18 weight sections — in addition, kneaded, and kneaded material was obtained and also the honeycomb filter was manufactured like Example 1.

[0080]

Comparative example 4

(1) The porosity ceramic member was manufactured like (1) of Example 6.

(2) 22.8 % of the weight of 0.035 mm of fiber length's ceramic fiber, 14.7 % of the weight of silicon carbide particles with a mean particle diameter of 0.6 micrometer, and silica — 3.4 % of the weight of sol and 1.1 % of the weight of carboxymethyl cellulose, The spherical acrylic particles (mean particle diameter of 30 micrometers) as an ostomy agent using the included heat-resistant adhesive paste the above-mentioned porosity ceramic member, By banding a large number by the method explained using drawing 3, then cutting using a diamond cutter, the diameter as shown in drawing 1 made it cylindrical shape at 165 mm, degreased the glue line at 700 \*\* after that, and produced the ceramic block.

[0081]

Next, a porosity ceramic member and the Young's modulus of a joining layer, the porosity of a porosity ceramic member, and the rate of noise reduction were measured by the following methods about the honeycomb filter concerning Examples 1-8 and the comparative examples 1-4.

Each result is shown in the following table 1.

[0082]

(1) Measurement of the Young's modulus of a porosity ceramic member and a joining layer  
The Young's modulus of the porosity ceramic member which constitutes the honeycomb filter manufactured by Examples 1-8 and the comparative examples 1-4, and a joining layer, It measured using the bending resonance method Young's modulus measuring device, and the percentage (Young's modulus of the Young's modulus / porosity ceramic member of a joining layer) of the ratio of the Young's modulus of a joining layer to the Young's modulus of a porosity ceramic member was calculated.

The measuring method of concrete Young's modulus is as follows.

From the porosity ceramic member of the honeycomb filter manufactured by each example and a comparative example to namely, 100 mm in length. The adhesive paste which cut down the specimen (20 mm in width and 2 mm in thickness), and was used by each example and a comparative example was dried, it was considered as the adhesives dried body, and the specimen (100 mm in length, 20 mm in width, and 2 mm in thickness) was cut down from the adhesives dried body concerned. And about 0.244T was made into the fulcrum from the both ends of these specimens, the specimen was hung in the electric furnace using the alumina fiber, and resonance point measurement was started after holding temperature for 10 minutes from the time of reaching measurement temperature. First, search of the primary resonance point of bending scanned the frequency of the simple oscillator manually, performed primary measurement of frequency from change of the Lissajous figure on an oscilloscope tubular surface, it ranked second, controlled the output frequency of the function generator by the computer, performed secondary measurement, and asked for resonance frequency. From the resonance frequency of the primary bending mode obtained by the above, Young's modulus was measured using the following expression (2).

[0083]

$$E=0.9465 \times \left\{ \left( \frac{m-f^2}{w} \right) \times \left( \frac{T}{t} \right)^3 \times \left[ 1+6.59 \times \left( \frac{t}{T} \right)^2 \right] \right\} \dots (2)$$

However, thickness (m) of the width (m) t:specimen of the length (m) w:specimen of an E:Young's-modulus (Pa) f:resonance-frequency (Hz) T:specimen, m: It is the mass (kg) of a specimen.

[0084]

(2) Measurement of the porosity of a porosity ceramic member

The porosity of the porosity ceramic member was measured with the method of mercury penetration.

[0085]

(3) Measurement of the rate of noise reduction of a honeycomb filter

Sound pressure level  $L_1$  (dB) of the exhaust sound when not installing the honeycomb filter

manufactured by Examples 1-8 and the comparative examples 1-4 in an engine flueway, Sound pressure level  $L_2$  (dB) of the exhaust sound after installing the honeycomb filter manufactured

by Examples 1-8 and the comparative examples 1-3 in an engine flueway was measured, and the rate  $L$  (%) of noise reduction was measured with the following expression (1) using these sound pressure level  $L_1$  and  $L_2$ .

When installing the above-mentioned honeycomb filter in an engine flueway, it became a periphery of the above-mentioned honeycomb filter from the alumina fiber (alumina 80wt% and silica 20wt%), and bulk density twisted 0.35 g/cm<sup>3</sup> and thickness twisted a 8.5-mm holding seal body.

[0086]

$$L = (L_1 - L_2) / L_1 \times 100 \dots (1)$$

[0087]

[Table 1]

	多孔質セラミック部材のヤング率(GPa)	接合層のヤング率(GPa)	ヤング率比(注1) (%)	気孔率 (%)	減音率 (%)
実施例1	30	12	40.0	45	10
実施例2	30	22	73.3	45	18
実施例3	20	5	25.0	60	9
実施例4	20	12	60.0	60	15
実施例5	20	22	110.0	60	20
実施例6	5	5	100.0	70	17
実施例7	5	12	240.0	70	25
実施例8	5	22	440.0	70	30
比較例1	30	5	16.7	45	2
比較例2	2	12	600.0	85	—
比較例3	80	12	15.0	15	1
比較例4	5	1	20.0	70	—

注1) ヤング率比:接合層のヤング率／多孔質セラミック部材のヤング率

[0088]

Each percentage of the ratio of the Young's modulus of a joining layer to the Young's modulus of the porosity ceramic member of the honeycomb filter manufactured in Examples 1-8 exceeded 20%, porosity is 20 to 80%, the rate of noise reduction is not less than 5%, and the suitable sound deadening effect was acquired as shown in Table 1.

[0089]

On the other hand, although the porosity was 20% the honeycomb filter manufactured by the comparative example 1, since the percentage of the ratio of the Young's modulus of a joining

layer to the Young's modulus of a porosity ceramic member cut low with 16.7%, the rate of noise reduction was as low as 2%, and a sound deadening effect was hardly acquired. The porosity was dramatically as high as 85%, and, and it was difficult to manufacture. [ the honeycomb filter manufactured by the comparative example 2 ] [ what was destroyed during manufacture ] Since the intensity is too low even if not destroyed, it installed in the flueway of internal-combustion engines, such as an engine, and it will have been destroyed if exhaust gas is actually circulated to the inside.

The porosity was as low as 15%, since the honeycomb filter manufactured by the comparative example 3 also cut low the percentage of the ratio of the Young's modulus of a joining layer to the Young's modulus of a porosity ceramic member with 15%, its rate of noise reduction was as low as 1%, and a sound deadening effect was hardly acquired. Since the honeycomb filter manufactured by the comparative example 4 had the very low intensity of adhesives, and it was difficult to manufacture. [ the honeycomb filter ] [ what was destroyed during manufacture ] Since the intensity is too low even if not destroyed, it installed in the flueway of internal-combustion engines, such as an engine, and it will have been destroyed if exhaust gas is actually circulated to the inside.

#### [0090]

After having installed the honeycomb filter manufactured in Examples 1-8 in the engine flueway, making the engine into the highest number of rotations by the unloaded condition and operating for 100 hours, took out each honeycomb filter, and observed the state, but. Cracks are not observed but fully function as a filter.

On the other hand, install the honeycomb filter manufactured by the comparative examples 1-4 in an engine flueway in a similar manner, and an engine by an unloaded condition. If it takes out and the state is observed after using the highest number of rotations and operating for 100 hours, in the honeycomb filter manufactured by the comparative example 1. The crack has occurred in the joining layer, it originated in the crack of this joining layer, the crack has occurred also in the porosity ceramic member, and it cannot fully function as a filter.

In the honeycomb filter manufactured by the comparative example 3, blinding was caused immediately, the pressure loss became high, and regeneration was frequently required.

The pressure of exhaust gas breaks immediately and the honeycomb filter manufactured by the comparative example 2 and the comparative example 4 cannot function as a filter with it.

#### [0091]

In the stoma formed in the inside, the honeycomb filter manufactured in Examples 1-8 could make the catalyst which consists of platinum have been able to support so much, and was able to be enough operated also as a catalytic converter. Especially the honeycomb filter manufactured in Examples 3-8 was able to make a lot of catalysts support especially.

#### [0092]

##### [Effect of the Invention]

The honeycomb filter for exhaust gas purification of this invention becomes the thing excellent in intensity and endurance, without being destroyed even if heat stress, bending stress, or vibration is added to a joining layer while having high porosity since it is as above-mentioned.

##### [Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1](a) is a perspective view showing typically an example of the honeycomb filter for exhaust gas purification of this invention.

[Drawing 2](a) is a perspective view showing typically the porosity ceramic member used for the honeycomb filter of this invention shown in drawing 1, and (b) is the A-A line drawing of longitudinal section.

[Drawing 3]It is a side view showing typically signs that the honeycomb filter of this invention is manufactured.

[Drawing 4]It is the graph which showed the relation between the percentage of the ratio of the Young's modulus of the joining layer to the Young's modulus of a porosity ceramic member, and the rate of noise reduction.

##### [Description of Notations]

10 The honeycomb filter for exhaust gas purification

- 13 Sealant layer
- 14 Joining layer
- 15 Ceramic block
- 20 Porosity ceramic member
- 21 Breakthrough
- 22 Filler
- 23 Septum

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-188278  
(P2004-188278A)

(43) 公開日 平成16年7月8日(2004.7.8)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>  
**B01D 39/20**  
**C04B 38/00**  
**F01N 3/02**  
// **B01D 46/00**

F I  
B01D 39/20  
C04B 38/00  
F01N 3/02  
F01N 3/02  
B01D 46/00

テーマコード(参考)  
3G090  
4D019  
4D058  
4G019

審査請求 未請求 請求項の数 1 O.L. (全 15 頁)

(21) 出願番号  
(22) 出願日

特願2002-357297 (P2002-357297)  
平成14年12月9日 (2002.12.9)

(71) 出願人 000000158  
イビデン株式会社  
岐阜県大垣市神田町2丁目1番地  
(74) 代理人 100086586  
弁理士 安富 康男  
(72) 発明者 工藤 篤史  
岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデ  
ン株式会社大垣北工場内  
Fターム(参考) 3G090 AA02 BA01 CA03  
4D019 AA01 BA05 CA01 CB04  
4D058 JA32 JB06 SA08  
4G019 FA12 FA13

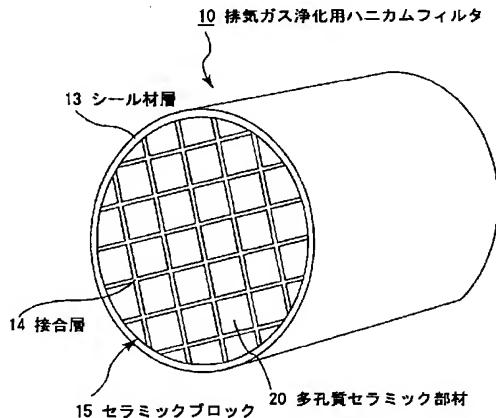
(54) 【発明の名称】排気ガス浄化用ハニカムフィルタ

## (57) 【要約】

【課題】高い気孔率を有するとともに、接合層に熱応力、曲げ応力又は振動が加わっても破壊されることなく、強度及び耐久性に優れる排気ガス浄化用ハニカムフィルタを提供すること。

【解決手段】多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された角柱形状の多孔質セラミック部材が接合層を介して複数個結束され、上記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成された排気ガス浄化用ハニカムフィルタであって、上記多孔質セラミック部材のヤング率に対する、上記接合層のヤング率の比率の百分率(接合層のヤング率/多孔質セラミック部材のヤング率)は20%を超えること、かつ、上記多孔質セラミック部材の気孔率は20~80%であることを特徴とする排気ガス浄化用ハニカムフィルタ。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された角柱形状の多孔質セラミック部材が接合層を介して複数個結束され、前記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成された排気ガス浄化用八ニカムフィルタであって、前記多孔質セラミック部材のヤング率に対する、前記接合層のヤング率の比率の百分率（接合層のヤング率／多孔質セラミック部材のヤング率）は20%を超える、かつ、前記多孔質セラミック部材の気孔率は20～80%であることを特徴とする排気ガス浄化用八ニカムフィルタ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、ディーゼルエンジン等の内燃機関から排出される排気ガス中のパティキュレート等を除去するフィルタとして用いられる排気ガス浄化用八ニカムフィルタに関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

バス、トラック等の車両や建設機械等の内燃機関から排出される排気ガス中に含有されるパティキュレートが環境や人体に害を及ぼすことが最近問題となっている。

この排気ガスを多孔質セラミックを通過させ、排気ガス中のパティキュレートを捕集して、排気ガスを浄化することができるセラミックフィルタが種々提案されている。

## 【0003】

このようなセラミックフィルタは、通常、図1に示した八ニカムフィルタ10のように、炭化珪素等からなる多孔質セラミック部材20が接合層14を介して複数個結束されてセラミックブロック15を構成し、このセラミックブロック15の周囲にシール材層18が形成されている。また、この多孔質セラミック部材20は、図2に示したように、長手方向に多数の貫通孔21が並設され、貫通孔21同士を隔てる隔壁28がフィルタとして機能するようになっている。

## 【0004】

即ち、多孔質セラミック部材20に形成された貫通孔21は、図2(b)に示したように、排気ガスの入り口側又は出口側の端部のいずれかが充填材22により目封じされ、一の貫通孔21に流入した排気ガスは、必ず貫通孔21を隔てる隔壁28を通過した後、他の貫通孔21から流出されるようになっている。

また、シール材層18は、八ニカムフィルタ10を内燃機関の排気通路に設置した際、セラミックブロック15の外周部から排気ガスが漏れ出することを防止する目的で設けられているものである。

## 【0005】

このような構成の八ニカムフィルタ10が内燃機関の排気通路に設置され、内燃機関より排出された排気ガス中のパティキュレートは、この八ニカムフィルタ10を通過する際に隔壁28により捕捉され、排気ガスが浄化される。

このような八ニカムフィルタ10は、極めて耐熱性に優れ、再生処理等も容易であるため、種々の大型車両やディーゼルエンジン搭載車両等に使用されている。

## 【0006】

このような八ニカムフィルタとして、例えば、特許文献1に、2個以上の八ニカムセグメントと、該八ニカムセグメント間を接合する接合層とからなり、上記接合層材質のヤング率が上記八ニカムセグメント材質のヤング率の20%以下であるが、又は、上記接合層の材料強度が上記八ニカムセグメント材料強度よりも小さい八ニカム構造体が開示されている。

## 【0007】

上記公報によれば、接合層の材料に、八ニカムセグメントの材料よりもヤング率の低い（又は、材料強度が八ニカムセグメントの材料強度より小さい）接着剤を用いることによつ

10

20

30

40

50

て、使用時における熱応力の発生が小さく、クラックが発生しないため、耐久性を有し、中央部と外周部との温度差が生じにくく、流体の圧力損失が小さく、再生処理時の昇温に必要な時間及びエネルギーの小さいハニカム構造体を提供することができる。

【0008】

【特許文献1】

特開2001-190916号公報

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

ところで、上述したようなハニカムフィルタを触媒担体として用いる場合、触媒を多量に担持するために多孔質セラミック部材の気孔率を高くする必要がある。しかし、本発明者らの研究によると、上記多孔質セラミック部材の気孔率を高くするとそのヤング率が低下してしまい、振動や曲げ（引張り）応力が多孔質セラミック部材に加わると容易に破壊されてしまうことが判明した。

【0010】

しかしながら、上記公報に記載のハニカム構造体は、ハニカムセグメント（多孔質セラミック部材）材質のヤング率よりも、これらを接合する接合層材質のヤング率の方が低いものであった。即ち、ハニカムセグメントのヤング率よりも、接合層のヤング率の方が低いものであった。

そのため、ハニカムセグメントの高気孔率化に伴って、そのヤング率が低下した場合、当該ハニカムセグメントを接合する接合層のヤング率は、上記高気孔率化したハニカムセグメントのヤング率よりもさらに低下したものとなる。接合層のヤング率を低下させるためには、接合層の高気孔率化が最も有効な手段である。しかし、接合層を高気孔率化させると、強度が低下し、接合層に生じる熱応力によって容易に破壊されてしまうため、強度及び耐久性に劣るものとなる。そのため、ハニカム構造体の気孔率を余り高くすることができなかつた。

【0011】

本発明は、これららの問題を解決するためになされたもので、高い気孔率を有するとともに、接合層に熱応力、曲げ応力又は振動が加わっても破壊されることなく、強度及び耐久性に優れる排気ガス浄化用ハニカムフィルタを提供することを目的とするものである。

【0012】

【課題を解決するための手段】

本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタは、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された角柱形状の多孔質セラミック部材が接合層を介して複数個結束され、上記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成された排気ガス浄化用ハニカムフィルタであつて、

上記多孔質セラミック部材のヤング率に対する、上記接合層のヤング率の比率の百分率（接合層のヤング率／多孔質セラミック部材のヤング率）は20%を超える、かつ、

上記多孔質セラミック部材の気孔率は20～80%であることを特徴とするものである。

以下、本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタについて説明する。

【0013】

【発明の実施の形態】

本発明は、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された角柱形状の多孔質セラミック部材が接合層を介して複数個結束され、上記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成された排気ガス浄化用ハニカムフィルタであつて、

上記多孔質セラミック部材のヤング率に対する、上記接合層のヤング率の比率の百分率（接合層のヤング率／多孔質セラミック部材のヤング率）は20%を超える、かつ、

上記多孔質セラミック部材の気孔率は20～80%であることを特徴とする排気ガス浄化用ハニカムフィルタである。

【0014】

本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタ（以下、単に本発明のハニカムフィルタともい

10

20

30

40

50

う)の形状としては、例えば、図1に示した八ニカムフィルタ10と略同様のものを挙げることができ、多孔質セラミック部材が接合層を介して複数個結束されてセラミックロックを構成し、このセラミックロックの周囲にシール材層が形成されている。また、この多孔質セラミック部材は、長手方向に多数の貫通孔が並設され、貫通孔同士を隔てる隔壁がフィルタとして機能するようになっている。

【0015】

即ち、上記多孔質セラミック部材に形成された貫通孔は、排気ガスの入り口側又は出口側の端部のいずれかが充填材により封じられ、一の貫通孔に流入した排気ガスは、必ず上記貫通孔を隔てる隔壁を通過した後、他の貫通孔から流出されるようになっている。

また、上記シール材層は、本発明の八ニカムフィルタを内燃機関の排気通路に設置した際、上記セラミックロックの外周部から排気ガスが漏れ出することを防止する目的で設けられているものである。

ただし、本発明の八ニカムフィルタの形状は、図1に示したような円柱状に限定されることはなく、例えば、橢円柱状や角柱状等任意の形状のものを挙げることができます。

【0016】

本発明の八ニカムフィルタは、接合層を介して多孔質セラミック部材が複数個結束されて構成されており、上記多孔質セラミック部材のヤング率に対する、上記接合層のヤング率の比率の百分率(接合層のヤング率/多孔質セラミック部材のヤング率)の下限は20%を超えるものである。上記多孔質セラミック部材のヤング率に対する、上記接合層のヤング率の比率の百分率が20%以下であると、上記多孔質セラミック部材のヤング率に対する上記接合層のヤング率が小さいため、セラミック部材に充分な強度がない場合、八ニカムフィルタを強度及び耐久性に優れたものとすることができます、上記接合層に熱による曲げ(引張り)応力が加わると容易に破壊されてしまう。

【0017】

また、上記多孔質セラミック部材のヤング率に対する、上記接合層のヤング率の比率の百分率の上限は440%であることが望ましい。440%を超えると、多孔質セラミック部材のヤング率が低くなりすぎ、このような低ヤング率の多孔質セラミック部材とするためには、多孔質セラミック部材の気孔率を非常に高くする必要があるため、実用上の強度を確保することができなくなる。また、多孔質セラミック部材のヤング率を低くしないとすると、接合層のヤング率を非常に高くする必要があるが、接合層のヤング率を非常に高くすると、接合層としての機能が失われてしまう。

また、上記多孔質セラミック部材のヤング率に対する、上記接合層のヤング率の比率の百分率の下限が100%であり、上限が800%であることがより望ましい。

なお、上記多孔質セラミック部材及び接合層のヤング率は、三点曲げ試験(JIS R 0601)や超音波を用いた方法等、従来公知の方法により測定することができます。

【0018】

上記多孔質セラミック部材の材料としては特に限定されず、例えば、窒化アルミニウム、窒化ケイ素、窒化ホウ素、窒化チタン等の窒化物セラミック、炭化ケイ素、炭化ジルコニア、炭化チタン、炭化タンタル、炭化タンクスチタン等の炭化物セラミック、アルミナ、ジルコニア、コージュライト、ムライト等の酸化物セラミック等を挙げることができます。

【0019】

また、上記多孔質セラミック部材の気孔率は20~80%である。気孔率が20%未満であると、八ニカムフィルタがすぐに目詰まりを起こしてしまい、一方、気孔率が80%を超えると、パティキュレート等の捕集効率が低下してしまい、また、強度及び耐久性に劣るものとなる。

なお、上記気孔率は、例えば、水銀圧入法、アルキメデス法及び走査型電子顕微鏡(SEM)による測定等、従来公知の方法により測定することができます。

【0020】

このように、本発明の八ニカムフィルタを構成する多孔質セラミック部材は、その気孔率の下限は20%、上限は80%であり、本発明の八ニカムフィルタは高い気孔率を有する

10

20

30

40

50

ものである。

上述した通り、多孔質セラミック部材の気孔率を高くすると、そのヤング率が低下してしまったり、振動や曲げ（引張り）応力が加わると容易に破壊されてしまう。しかしながら、本発明の八ニカムフィルタでは、複数の多孔質セラミック部材を接合する接合層のヤング率と、多孔質セラミック部材のヤング率とが上述したような関係を有しており、上記接合層は大きなヤング率（即ち、大きな強度）を有している。従って、本発明の八ニカムフィルタでは、上記接合層が八ニカムフィルタの強度を確保することができ、多孔質セラミック部材の気孔率を高くして、八ニカムフィルタを高気孔率にすることができるのである。

上記多孔質セラミック部材の気孔率の下限は40%、上限は80%であることが望ましい 10

#### 【0021】

上記多孔質セラミック部材の平均気孔径は5～100μmであることが望ましい。平均気孔径が5μm未満であると、パティキュレートが容易に目詰まりを起こすことがある。一方、平均気孔径が100μmを超えると、パティキュレートが気孔を通り抜けてしまい、該パティキュレートを捕集することができず、フィルタとして機能することができないことがある。

#### 【0022】

このような多孔質セラミック部材を製造する際に使用するセラミックの粒径としては特に限定されないが、後の焼成工程で収縮が少ないものが望ましく、例えば、0.8～50μm程度の平均粒径を有する粉末100重量部と、0.1～1.0μm程度の平均粒径を有する粉末5～65重量部とを組み合わせたものが望ましい。上記粒径のセラミック粉末を上記配合で混合することで、多孔質セラミック部材を製造することができるからである。 20

#### 【0023】

上記接合層を構成する材料としては特に限定されず、例えば、無機バインダー、有機バインダー、無機纖維及び無機粒子からなるもの等を挙げることができます。

#### 【0024】

上記無機バインダーとしては、例えば、シリカゾル、アルミナゾル等を挙げることができます。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。上記無機バインダーのなかでは、シリカゾルが望ましい。 30

#### 【0025】

上記有機バインダーとしては、例えば、ポリビニルアルコール、メチルセルロース、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等を挙げることができます。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。上記有機バインダーのなかでは、カルボキシメチルセルロースが望ましい。

#### 【0026】

上記無機纖維としては、例えば、シリカアルミナ、ムライト、アルミナ、シリカ等のセラミックファイバー等を挙げることができます。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。上記無機纖維のなかでは、シリカアルミナファイバーが望ましい。 40

#### 【0027】

上記無機粒子としては、例えば、炭化物、窒化物等を挙げることができ、具体的には、炭化珪素、窒化珪素、窒化素等からなる無機粉末又はウィスカ等を挙げることができます。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。上記無機粒子のなかでは、熱伝導性に優れる炭化珪素が望ましい。

#### 【0028】

また、上記接合層には、酸化物系セラミックを成分とする微小中空球体であるバルーンが含有されてもよい。このようなバルーンは、接合層のヤング率の向上を図ることができるとともに、接合層の熱容量を低下させることができる。

上記バルーンとしては特に限定されず、例えば、アルミナバルーン、ガラスマイクロバルーン、シラスバルーン、フライアッシュバルーン（FAバルーン）及びムライトバルーン 50

等を挙げることができる。これらの中では、フライアッシュバルーンが望ましい。

【0029】

また、本発明のハニカムフィルタの減音率は5%以上となる。

なお、本明細書において、上記減音率とは、例えば、ハニカムフィルタをエンジン等の内燃機関の排気通路に設置しない場合に放射される排気音の音圧レベルを $L_1$  (dB) とし、ハニカムフィルタをエンジン等の内燃機関の排気通路に設置した場合に放射される排気音の音圧レベルを $L_2$  (dB) とすれば、下記式(1)で与えられる $L$  (%) のことをいう。

【0030】

$$L (\%) = (L_1 - L_2) / L_1 \times 100 \dots (1)$$

【0031】

このように定義される本発明のハニカムフィルタの減音率が5%以上となるのは、以下に挙げる理由によるものと考えられる。

上述した通り、多孔質セラミック部材の気孔率が高くなるにつれて、そのヤング率が低下し、破壊されやすくなるが、そのため、音（即ち、空気の振動）を余り反射せず、吸収しやすくなると考えられる。

図4は、本発明のハニカムフィルタにおけるヤング率比と減音率との関係を示すグラフであるが、図4に示したように、多孔質セラミック部材のヤング率に対する接合層のヤング率の比率の百分率（ヤング率比）が20%を超えると、減音率が5%以上となり、上記ヤング率比が大きくなるにつれて減音率が大きくなる。従って、本発明のハニカムフィルタは優れた消音効果を有するものであり、本発明のハニカムフィルタをエンジン等の内燃機関の排気通路に設置すると、排気音を効率的に吸収させることができ、低騒音化を図ることができる。

【0032】

また、本発明のハニカムフィルタの気孔中には、白金、パラジウム、ロジウム等の貴金属からなる触媒が担持されてもよい。このような触媒が担持されていることで、本発明のハニカムフィルタは、排気ガス中のパティキュレートを捕集し、触媒により再生処理を行うことができるフィルタとして機能するとともに、排気ガスに含有されるCO、HC及びNO<sub>x</sub>等を浄化するための触媒コンバータとして機能することができる。

【0033】

上記貴金属からなる触媒が担持された本発明のハニカムフィルタは、従来公知の触媒付DPF（ディーゼル・パティキュレート・フィルタ）と同様のガス浄化装置として機能するものである。従って、ここでは、本発明のハニカムフィルタが触媒コンバータとしても機能する場合の詳しい説明を省略する。

なお、上述した通り、本発明のハニカムフィルタの気孔率は、従来のハニカムフィルタの気孔率に比べて高くなることができるため、フィルタとしての性能を低下させることなく、上記触媒を多量に担持することが可能である。

【0034】

上述した通り、本発明のハニカムフィルタを構成する多孔質セラミック部材のヤング率に対する、接合層のヤング率の比率の百分率（接合層のヤング率/多孔質セラミック部材のヤング率）は20%を超えるが、上記多孔質セラミック部材の気孔率は20~80%である。即ち、多孔質セラミック部材の気孔率が高くそのヤング率が低くなっているが、これらを接合する接合層のヤング率が高く強度が優れたものとなっている。そのため、上記接合層が本発明のハニカムフィルタの強度を確保することができ、本発明のハニカムフィルタは、振動や曲げ（引張り）応力により容易に破壊されることなく、強度及び耐久性に優れたものとなる。

【0035】

さらに、本発明のハニカムフィルタは、多孔質セラミック部材の気孔率が高くその弾性（ヤング率）が小さなものであるため、優れた消音効果（減音率が5%以上）を有するものとなる。従って、本発明のハニカムフィルタをエンジン等の内燃機関の排気通路に設置す

10

20

30

40

50

ると、内燃機関から生じる排気音を好適に吸収させることができ、低騒音化を図ることができます。

【0086】

次に、上述した本発明のハニカムフィルタの製造方法の一例について図1及び図2を参照しながら説明する。

【0087】

本発明のハニカムフィルタの製造方法では、まず、セラミックブロック15となるセラミック積層体を作製する。

セラミック積層体は、多数の貫通孔21が隔壁23を隔てて長手方向に並設された角柱形状の多孔質セラミック部材20が、接合層14を介して複数個結束された角柱構造である。

【0088】

多孔質セラミック部材20を製造するには、まず、上述したようなセラミック粉末にバインダー及び分散媒液を加えて混合組成物を調製する。

【0089】

上記バインダーとしては特に限定されず、例えば、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリエチレングリコール、フェノール樹脂、エボキシ樹脂等を挙げることができる。

上記バインダーの配合量は、通常、セラミック粉末100重量部に対して、1~10重量部程度が望ましい。

【0090】

上記分散媒液としては特に限定されず、例えば、ベンゼン等の有機溶媒；メタノール等のアルコール、水等を挙げることができる。

上記分散媒液は、混合組成物の粘度が一定範囲内となるように、適量配合される。

【0091】

これらセラミック粉末、バインダー及び分散媒液は、アトライター等で混合された後、ニーダー等で充分に混練され、押し出し成形法等により、図2に示した多孔質セラミック部材と略同形状の柱状の生成形体を作製する。

【0092】

また、上記混合組成物には、必要に応じて造孔剤を添加してもよい。高気孔率の多孔質セラミック部材を得ることができるからである。

上記造孔剤としては特に限定されず、例えば、球状アクリル粒子や上述したバルーン等を挙げることができる。

【0093】

上記生成形体を、マイクロ波乾燥機等を用いて乾燥させた後、所定の貫通孔に封口材を充填する封口処理を施し、再度、マイクロ波乾燥機等で乾燥処理を施す。上記封口材としては特に限定されず、例えば、上記混合組成物と同様のものを挙げることができる。

【0094】

次に、上記封口処理を経た生成形体を、酸素含有雰囲気下、300~650℃程度に加熱することで脱脂し、バインダー等を揮散させるとともに、分解、消失させ、略セラミック粉末のみを残留させる。

【0095】

そして、上記脱脂処理を施した後、窒素、アルゴン等の不活性ガス雰囲気下、1800~2200℃程度に加熱することで焼成し、セラミック粉末を焼結させて多孔質セラミック部材20を製造する。

【0096】

次に、図8に示したように、このセラミック積層体を作製するには、まず、多孔質セラミック部材20が斜めに傾斜した状態で積み上げることができるように、断面V字形状に構成された台30の上に、多孔質セラミック部材20を傾斜した状態で載置した後、上側を向いた2つの側面20a、20bに、接合層14となる接着剤ペーストを均一な厚さで塗

布して接着剤層を形成し、この接着剤層の上に、順次他の多孔質セラミック部材20を積層する工程を繰り返し、所定の大きさの角柱状のセラミック積層体を作製する。

【0047】

そして、このセラミック積層体を50～100℃、1時間程度の条件で加熱して上記接着剤層を乾燥、固化させて接合層14とし、その後、例えば、ダイヤモンドカッター等を用いて、外周部が図1に示したような形状になるように切削することで、セラミックブロック15を作製する。

【0048】

なお、接合層14を構成する材料としては特に限定されず、例えば、上述したような無機パインダー、有機パインダー、無機纖維及び無機粒子を含む接着剤ペーストを使用することができる。

また、上記接着剤ペースト中には、少量の水分や溶剤等を含んでいてもよいが、このような水分や溶剤等は、通常、接着剤ペーストを塗布した後の加熱等により殆ど飛散する。

【0049】

また、上記無機パインダーの含有量の下限は、固体分で、1重量%が望ましく、5重量%がさらに望ましい。一方、上記無機パインダーの含有量の上限は、固体分で、80重量%が望ましく、70重量%がより望ましく、50重量%がさらに望ましい。上記無機パインダーの含有量が1重量%未満では、接着強度の低下を招くことがあり、一方、80重量%を超えると、熱伝導率の低下を招くことがある。

【0050】

上記有機パインダーの含有量の下限は、固体分で、0.1重量%が望ましい。一方、上記有機パインダーの含有量の上限は、固体分で、5.0重量%が望ましい。上記有機パインダーの含有量が0.1重量%未満では、接合層14のマイグレーションを抑制するのが難しくなることがあり、一方、5.0重量%を超えると、接合層14が高温にさらされた場合に、有機パインダーが焼失し、接着強度が低下することがある。

【0051】

上記無機纖維の含有量の下限は、固体分で、10重量%が望ましい。一方、上記無機纖維の含有量の上限は、固体分で、70重量%が望ましい。上記無機纖維の含有量が10重量%未満では、押し抜き荷重が低下し、一方、70重量%を超えると、熱伝導性の低下を招く。

【0052】

上記無機粒子の含有量の下限は、固体分で、3重量%が望ましい。一方、上記無機粒子の含有量の上限は、固体分で、80重量%が望ましい。上記無機粒子の含有量が3重量%未満では、熱伝導率の低下を招くことがあり、一方、80重量%を超えると、接合層14が高温にさらされた場合に、接着強度の低下を招くことがある。

【0053】

また、上記無機纖維のショット含有量の下限は、1重量%が望ましく、上限は、10重量%が望ましい。また、その纖維長の下限は、1μmが望ましく、上限は、100μmが望ましい。

【0054】

ショット含有量を1重量%未満とするのは製造上困難であり、ショット含有量が10重量%を超えると、多孔質セラミック部材20の壁面を傷つけてしまうことがある。また、纖維長が1μm未満では、弾性を有するハニカムフィルタ10を形成することが難しく、100μmを超えると、毛玉のような形態をとりやすくなるため、無機粒子の分散が悪くなるとともに、接合層14の厚みを薄くできない。

【0055】

上記無機粉末の粒径の下限は、0.01μmが望ましく、0.1μmがより望ましい。一方、上記無機粒子の粒径の上限は、100μmが望ましく、15μmがより望ましく、10μmがさらに望ましい。無機粒子の粒径が0.01μm未満では、コストが高くなることがあり、一方、無機粒子の粒径が100μmを超えると、接着力及び熱伝導性の低下を

10

20

30

40

50

招くことがある。

【0056】

この接着剤ペースト中には、接着剤ペーストを柔軟にし、流動性を付与して塗布しやすくするために、上記した無機纖維、無機バインダー、有機バインダー及び無機粒子のほかに、およそ総重量の35～65重量%程度の水分や他のアセトン、アルコール等の溶剤等が含まれていてもよく、この接着剤ペーストの粘度は、15～25Pa·s(1万～2万cPs(cP))が望ましい。

【0057】

さらに、上記接着剤ペースト中には、例えば、アルミナバルーン、ガラスマイクロバルーン、シラスバルーン、フライアッシュバルーン(FAバルーン)及びムライトバルーン等のバルーン(微小中空球体)が含まれていてもよい。

接合層のヤング率の向上を図ることができるとともに、接合層の熱容量を低下させることができるのである。

【0058】

次に、このようにして作製したセラミックブロック15の周囲にシール材層18の層を形成するシール材形成工程を行う。

【0059】

このシール材形成工程においては、まず、セラミックブロック15をその長手方向で軸にして回転させる。

セラミックブロック15の回転速度は特に限定されないが、2～10min<sup>-1</sup>であることが望ましい。

【0060】

続いて、回転しているセラミックブロック15の外周部にシール材ペーストを付着させる。上記シール材ペーストとしては特に限定されず、上述した接着剤ペーストと同様のものを挙げることができる。

【0061】

次に、このようにして形成したシール材ペースト層を120℃程度の温度で乾燥させることにより、水分を蒸発させシール材層18とし、図1に示したように、セラミックブロック15の外周部にシール材層18が形成された本発明のハニカムフィルタ10の製造を完了する。

【0062】

【実施例】

以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

【0063】

実施例1

(1) 平均粒径5μmのα型炭化珪素粉末60重量%と、平均粒径0.5μmのβ型炭化珪素粉末40重量%とを湿式混合し、得られた混合物100重量部に対して、有機バインダー(メチルセルロース)を5重量部、水を10重量部加えて混練して混練物を得た。次に、上記混練物に可塑剤と潤滑剤とを少量加えてさらに混練した後、押し出し成形を行い、生成形体を作製した。

次に、上記生成形体を、マイクロ波乾燥機を用いて乾燥させ、上記生成形体と同様の組成のペーストを所定の貫通孔に充填した後、再び乾燥機を用いて乾燥させた後、400℃で脱脂し、常圧のアルゴン雰囲気下2200℃、3時間で焼成を行うことにより、図2に示したような、その大きさが83mm×83mm×800mmで、貫通孔の数が31個/cm<sup>2</sup>、隔壁の厚さが0.8mmの炭化珪素焼結体からなる多孔質セラミック部材を製造した。

【0064】

(2) 繊維長0.2mmのアルミナファイバー19.6重量%、平均粒径0.6μmの炭化珪素粒子67.8重量%、シリカゾル10.1重量%及びカルボキシメチルセルロース

10

20

30

40

50

2. 5重量%を含む耐熱性の接着剤ペーストを用いて上記多孔質セラミック部材を、図3を用いて説明した方法により多数結束させ、続いて、ダイヤモンドカッターを用いて切断することにより、図1に示したような直径が165mmで円柱形状のセラミックブロックを作製した。

【0065】

次に、無機纖維としてアルミナシリケートからなるセラミックファイバー（ショット含有率：3%、纖維長：0.1～100mm）28.8重量%、無機粒子として平均粒径0.8μmの炭化珪素粉末30.2重量%、無機バインダーとしてシリカソル（ソル中のSiO<sub>2</sub>の含有率：30重量%）7重量%、有機バインダーとしてカルボキシメチルセルロース0.5重量%及び水39重量%を混合、混練してシール材ペーストを調製した。

【0066】

次に、上記シール材ペーストを用いて、上記セラミックブロックの外周部に厚さ1.0mmのシール材ペースト層を形成した。そして、このシール材ペースト層を120℃で乾燥して、図1に示したような円柱形状のハニカムフィルタを製造した。

【0067】

実施例2

(1) 実施例の(1)と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 繊維長0.085mmのセラミックファイバー18.7重量%、平均粒径0.6μmの炭化珪素粒子30.9重量%、アルミナバルーン（平均粒径150μm）39.1重量%、シリカソル14.8重量%及びカルボキシメチルセルロース1.5重量%を含む耐熱性の接着剤ペーストを用いて上記多孔質セラミック部材を、図3を用いて説明した方法により多数結束させ、続いて、ダイヤモンドカッターを用いて切断することにより、図1に示したような直径が165mmで円柱形状のセラミックブロックを作製した。

【0068】

実施例3

(1) 平均粒径10μmのα型炭化珪素粉末70重量%と、平均粒径0.5μmのβ型炭化珪素粉末30重量%とを湿式混合し、得られた混合物100重量部に対して、有機バインダー（メチルセルロース）を18重量部、水を20重量部及び造孔剤としての球形アクリル粒子（平均粒径10μm）を5重量部加えて混練して混練物を得た。次に、上記混練物に可塑剤と潤滑剤とを少量加えてさらに混練した後、押し出し成形を行い、生成形体を作製した。

次に、上記生成形体を、マイクロ波乾燥機を用いて乾燥させ、上記生成形体と同様の組成のペーストを所定の貫通孔に充填した後、再び乾燥機を用いて乾燥させた後、400℃で脱脂し、常圧のアルゴン雰囲気下2200℃、6時間で焼成を行うことにより、図2に示したような、その大きさが83mm×83mm×300mmで、貫通孔の数が81個/cm<sup>2</sup>、隔壁の厚さが0.8mmの炭化珪素焼結体からなる多孔質セラミック部材を製造した。

【0069】

(2) 繊維長0.085mmのセラミックファイバー54.2重量%、平均粒径0.6μmの炭化珪素粒子35.2重量%、シリカソル8.1重量%及びカルボキシメチルセルロース2.5重量%を含む耐熱性の接着剤ペーストを用いて上記多孔質セラミック部材を、図3を用いて説明した方法により多数結束させ、続いて、ダイヤモンドカッターを用いて切断することにより、図1に示したような直径が165mmで円柱形状のセラミックブロックを作製した。

【0070】

その後、実施例1と同様にして、上記セラミックブロックの外周部に厚さ1.0mmのシール材ペースト層を形成した。そして、このシール材ペースト層を120℃で乾燥して、図1に示したような円柱形状のハニカムフィルタを製造した。

【0071】

実施例4

10

20

30

40

50

(1) 実施例3の(1)と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 実施例1の(2)と同様にして上記多孔質セラミック部材を接合してセラミックプロックを作製し、該セラミックプロックの外周部にシール材層を形成して円柱形状の八ニカムフィルタを製造した。

#### 【0072】

##### 実施例5

(1) 実施例3の(1)と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 実施例2の(2)と同様にして上記多孔質セラミック部材を接合してセラミックプロックを作製し、該セラミックプロックの外周部にシール材層を形成して円柱形状の八ニカムフィルタを製造した。

10

#### 【0073】

##### 実施例6

(1) 平均粒径30μmの $\alpha$ 型炭化珪素粉末80重量%と、平均粒径0.5μmの $\beta$ 型炭化珪素粉末20重量%とを湿式混合し、得られた混合物100重量部に対して、有機バインダー(メチルセルロース)を30重量部、水を35重量部及び造孔剤としての球形アクリル粒子(平均粒径30μm)を30重量部加えて混練して混練物を得た。次に、上記混練物に可塑剤と潤滑剤とを少量加えてさらに混練した後、押し出し成形を行い、生成形体を作製した。

次に、上記生成形体を、マイクロ波乾燥機を用いて乾燥させ、上記生成形体と同様の組成のペーストを所定の貫通孔に充填した後、再び乾燥機を用いて乾燥させた後、400℃で脱脂し、常圧のアルゴン雰囲気下2200℃、3時間で焼成を行うことにより、図2に示したような、その大きさが38mm×33mm×300mmで、貫通孔の数が31個/cm<sup>2</sup>、隔壁の厚さが0.3mmの炭化珪素焼結体からなる多孔質セラミック部材を製造した。

20

#### 【0074】

(2) 実施例3の(2)と同様にして上記多孔質セラミック部材を接合してセラミックプロックを作製し、該セラミックプロックの外周部にシール材層を形成して円柱形状の八ニカムフィルタを製造した。

#### 【0075】

##### 実施例7

(1) 実施例6の(1)と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 実施例1の(2)と同様にして上記多孔質セラミック部材を接合してセラミックプロックを作製し、該セラミックプロックの外周部にシール材層を形成して円柱形状の八ニカムフィルタを製造した。

30

#### 【0076】

##### 実施例8

(1) まず、実施例6の(1)と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 次に、実施例2の(2)と同様にして上記多孔質セラミック部材を接合してセラミックプロックを作製し、該セラミックプロックの外周部にシール材層を形成して円柱形状の八ニカムフィルタを製造した。

40

#### 【0077】

##### 比較例1

(1) 実施例1の(1)と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 実施例3の(2)と同様にして上記多孔質セラミック部材を接合してセラミックプロックを作製し、該セラミックプロックの外周部にシール材層を形成して円柱形状の八ニカムフィルタを製造した。

#### 【0078】

##### 比較例2

平均粒径10μmの $\alpha$ 型炭化珪素粉末70重量%と、平均粒径0.5μmの $\beta$ 型炭化珪素粉末30重量%とを湿式混合し、得られた混合物100重量部に対して、有機バインダー

50

(メチルセルロース)を40重量部、水を86重量部及び造孔剤としての球形アクリル粒子(平均粒径10μm)を50重量部加えて混練して混練物を得たほかは、実施例1と同様にしてハニカムフィルタを製造した。

【0079】

比較例3

平均粒径0.5μmのβ型炭化珪素粉末30重量%100重量部に対して、有機バインダー(メチルセルロース)を8.6重量部、水を18重量部加えて混練して混練物を得たほかは、実施例1と同様にしてハニカムフィルタを製造した。

【0080】

比較例4

(1) 実施例6の(1)と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 繊維長0.085mmのセラミックファイバー22.8重量%、平均粒径0.6μmの炭化珪素粒子14.7重量%、シリカソル3.4重量%及びカルボキシメチルセルロース1.1重量%、造孔剤としての球状アクリル粒子(平均粒径30μm)を含む耐熱性の接着剤ペーストを用いて上記多孔質セラミック部材を、図8を用いて説明した方法により多数結束させ続いて、ダイヤモンドカッターを用いて切断することにより、図1に示したような直径が165mmで円柱形状にし、その後、700℃で接着層の脱脂を行い、セラミックブロックを作製した。

【0081】

次に、実施例1～8及び比較例1～4に係るハニカムフィルタについて、多孔質セラミック部材及び接合層のヤング率、多孔質セラミック部材の気孔率及び減音率を以下の方法で測定した。

それぞれの結果を下記表1に示す。

【0082】

(1) 多孔質セラミック部材及び接合層のヤング率の測定

実施例1～8及び比較例1～4で製造したハニカムフィルタを構成する多孔質セラミック部材及び接合層のヤング率を、曲げ共振法ヤング率測定装置を使用して測定し、多孔質セラミック部材のヤング率に対する、接合層のヤング率の比率の百分率(接合層のヤング率/多孔質セラミック部材のヤング率)を計算した。

具体的なヤング率の測定方法は、以下の通りである。

即ち、各実施例及び比較例で製造したハニカムフィルタの多孔質セラミック部材から長さ100mm、幅20mm、厚さ2mmの試験片を切り出し、また、各実施例及び比較例で用いた接着剤ペーストを乾燥させ接着剤乾燥体とし、当該接着剤乾燥体から長さ100mm、幅20mm、厚さ2mmの試験片を切り出した。そして、これらの試験片の両端から0.244T近傍を支点とし、アルミナ繊維を用いて電気炉中に試験片を吊り下げ、共振点測定は、測定温度に達した時点より10分間温度を保持してから開始した。曲げの一次共振点の探索は、まず、簡易発振器の周波数を手動で走査し、オシロスコープ管面上のリサージュ图形の変化から周波数の一次測定を行い、次いで、ファンクションジェネレータの出力周波数を計算機により制御して二次測定を行って、共振周波数を求めた。以上により得た一次曲げモードの共振周波数から、以下の式(2)を用いてヤング率を測定した。

【0083】

$$E = 0.9465 \times \{ (m \cdot f^2) / w \} \times (T / \tau)^3 \times \{ 1 + 6.59 \times (\tau / T)^2 \} \dots (2)$$

但し、E: ヤング率(Pa)、f: 共振周波数(Hz)、T: 試験片の長さ(m)、w: 試験片の幅(m)、τ: 試験片の厚さ(m)、m: 試験片の質量(kg)である。

【0084】

(2) 多孔質セラミック部材の気孔率の測定

多孔質セラミック部材の気孔率を水銀圧入法により測定した。

【0085】

## (3) ハニカムフィルタの減音率の測定

実施例1～8及び比較例1～4で製造したハニカムフィルタをエンジンの排気通路に設置しない場合の排気音の音圧レベル $L_1$  (dB)と、実施例1～8及び比較例1～3で製造したハニカムフィルタをエンジンの排気通路に設置した後の排気音の音圧レベル $L_2$  (dB)とを測定し、これらの音圧レベル $L_1$  及び $L_2$  を用いて下記式(1)により減音率 $L$  (%)を測定した。

なお、上記ハニカムフィルタをエンジンの排気通路に設置する際には、上記ハニカムフィルタの外周に、アルミナ繊維からなり（アルミナ80wt%、シリカ20wt%）、嵩密度は0.35g/cm<sup>3</sup>、厚さは8.5mmの保持シール体を巻き付けた。

【0086】

$$L = (L_1 - L_2) / L_1 \times 100 \dots (1)$$

【0087】

【表1】

	多孔質セラミック部材のヤング率(GPa)	接合層のヤング率(GPa)	ヤング率比(注1) (%)	気孔率 (%)	減音率 (%)
実施例1	30	12	40.0	45	10
実施例2	30	22	73.3	45	18
実施例3	20	5	25.0	60	9
実施例4	20	12	60.0	60	15
実施例5	20	22	110.0	60	20
実施例6	5	5	100.0	70	17
実施例7	5	12	240.0	70	25
実施例8	5	22	440.0	70	30
比較例1	30	5	16.7	45	2
比較例2	2	12	600.0	85	—
比較例3	80	12	15.0	15	1
比較例4	5	1	20.0	70	—

注1)ヤング率比:接合層のヤング率／多孔質セラミック部材のヤング率

【0088】

表1に示した通り、実施例1～8で製造したハニカムフィルタの多孔質セラミック部材のヤング率に対する、接合層のヤング率の比率の百分率はいずれも20%を超え、気孔率は20～80%であり、減音率は5%以上であり、好適な消音効果が得られた。

【0089】

一方、比較例1で製造したハニカムフィルタは、その気孔率が20%であったが、多孔質セラミック部材のヤング率に対する、接合層のヤング率の比率の百分率が16.7%と低くかったため、減音率が2%と低く、殆ど消音効果が得られなかった。

また、比較例2で製造したハニカムフィルタは、その気孔率が85%と非常に高く、製造中に破壊されたもののが多数あり、製造が困難であった。また、破壊されなかったものであっても、その強度が低すぎたため、エンジン等の内燃機関の排気通路に設置し、実際に排気ガスをその内部に流通させると破壊されてしまった。

また、比較例3で製造したハニカムフィルタは、その気孔率が15%と低く、多孔質セラミック部材のヤング率に対する、接合層のヤング率の比率の百分率も15%と低くかったため、減音率が1%と低く、殆ど消音効果が得られなかった。また、比較例4で製造したハニカムフィルタは、接着剤の強度が非常に低いため、製造中に破壊されたもののが多数あり、製造が困難であった。また、破壊されなかったものであっても、その強度が低すぎた

10

20

30

40

50

ため、エンジン等の内燃機関の排気通路に設置し、実際に排気ガスをその内部に流通せると破壊されてしまった。

【0090】

また、実施例1～8で製造した八ニカムフィルタをエンジンの排気通路に設置し、エンジンを無負荷状態で、最高の回転数にして100時間運転した後、各八ニカムフィルタを取り出しその状態を観察したが、クラック等は観察されず、フィルタとして充分に機能するものであった。

一方、比較例1～4で製造した八ニカムフィルタを同様にエンジンの排気通路に設置し、エンジンを無負荷状態で、最高の回転数にして100時間運転した後、取り出しその状態を観察すると、比較例1で製造した八ニカムフィルタでは、接合層にクラックが発生しており、この接合層のクラックに起因して多孔質セラミック部材にもクラックが発生しており、フィルタとして充分に機能することができないものであった。  
10

また、比較例3で製造した八ニカムフィルタでは、すぐに目詰まりを起こし、圧損が高くなり、頻繁に再生処理が必要であった。

なお、比較例2及び比較例4で製造した八ニカムフィルタは、排気ガスの圧力によってすぐに破壊され、フィルタとして機能することができないものであった。

【0091】

また、実施例1～8で製造した八ニカムフィルタは、その内部に形成された気孔内に白金からなる触媒を多量に担持させることができ、触媒コンバータとしても充分機能させることができた。特に、実施例3～8で製造した八ニカムフィルタは、特に多量の触媒を担持させることができた。  
20

【0092】

【発明の効果】

本発明の排気ガス浄化用八ニカムフィルタは、上述の通りであるので、高い気孔率を有するとともに、接合層に熱応力、曲げ応力又は振動が加わっても破壊されることなく、強度及び耐久性に優れたものとなる。

【図面の簡単な説明】

【図1】(a)は、本発明の排気ガス浄化用八ニカムフィルタの一例を模式的に示した斜視図である。

【図2】(a)は、図1に示した本発明の八ニカムフィルタに用いる多孔質セラミック部材を模式的に示した斜視図であり、(b)は、そのA-A線縦断面図である。  
30

【図3】本発明の八ニカムフィルタを製造する様子を模式的に示した側面図である。

【図4】多孔質セラミック部材のヤング率に対する接合層のヤング率の比率の百分率と、減音率との関係を示したグラフである。

【符号の説明】

10 排気ガス浄化用八ニカムフィルタ

13 シール材層

14 接合層

15 セラミックブロック

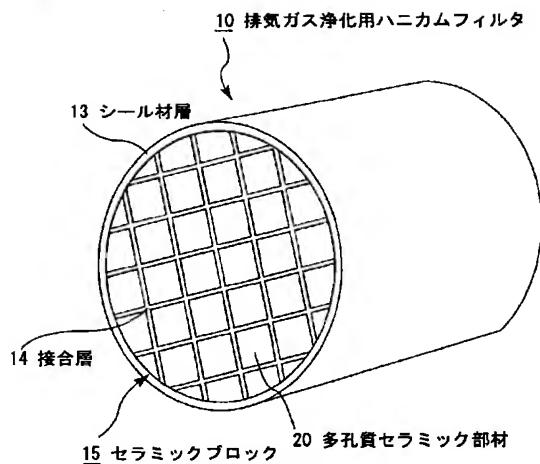
20 多孔質セラミック部材

21 貫通孔

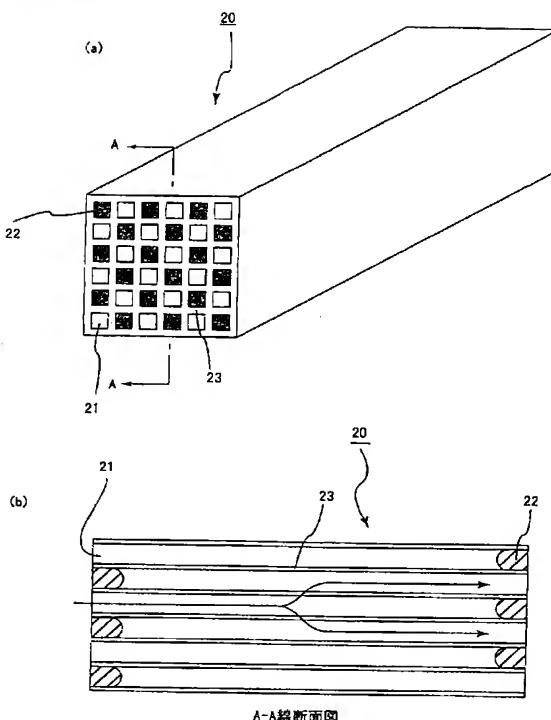
22 充填材

23 隔壁

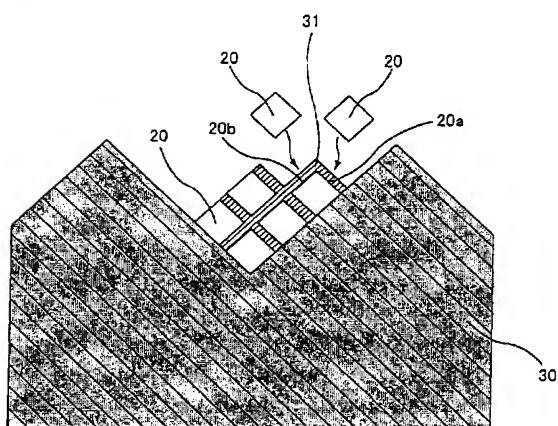
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】

